

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE

cea

CADARACHE



laboratoire «mécanique» «acoustique»

Navier

www.cea.fr

Caractérisation de la microstructure des combustibles UO₂ par imagerie

Doctorante :

Joane Meynard

DEC/SESC/LCU, CEA Cadarache

Directeurs de thèse :

Mihail Garajeu

LMA, CNRS Marseille

Renaud Masson

DEC/SESC/LM2C, CEA Cadarache

Encadrants de thèse :

Michel Bornert

Laboratoire Navier, EP ParisTech

Christelle Duguay

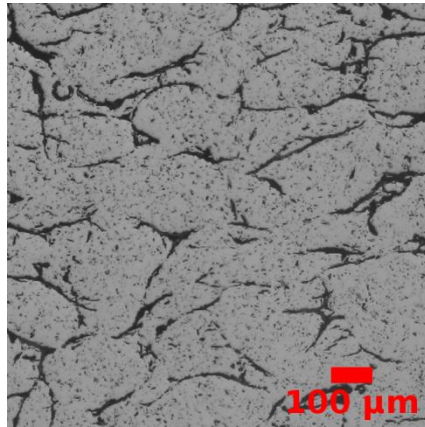
DEC/SA3E/LCU, CEA Cadarache

Arnaud Monnier

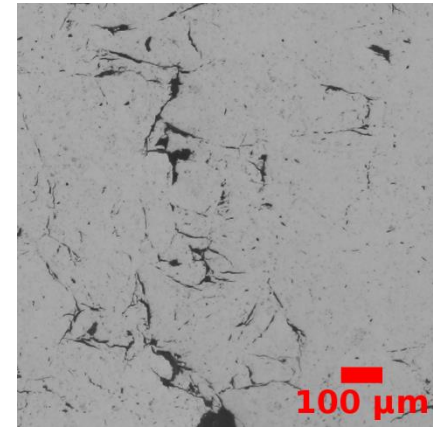
DEC/SESC/LSC, CEA Cadarache

JMATNUM 2019 | 19 JUIN 2019

■ Combustible UO₂ vierge



Echantillon A



Echantillon B

Porosité (%)	4,5	4,5
κ_{exp} (-)	0,65	0,82
$\kappa_{\text{modele actuel}}^*$ (-)	0,88	0,88

$$\kappa_{\text{modele actuel}} = \frac{\lambda(\text{porosité}, T)}{\lambda(T)} = \frac{1 - (\text{porosité})}{1 + 2(\text{porosité})}$$

- Caractérisation des microstructures insuffisante

→ Loi modèle actuel non représentative pour le combustible d'étude



■ Objectif

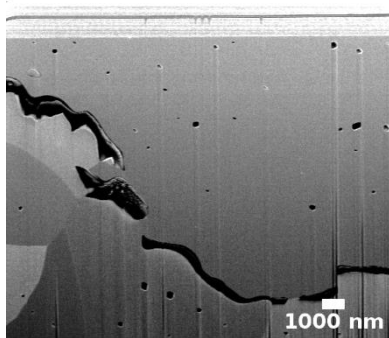
- Détermination d'un nouveau cadre de modélisation adapté aux microstructures étudiées
→ Caractérisation de la microstructure des combustibles UO_2 d'étude (présentation du jour)

■ Méthodologie : caractérisation multi-échelle

Echelle de caractérisation

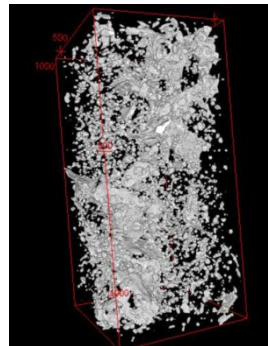
nm

MEB-FIB

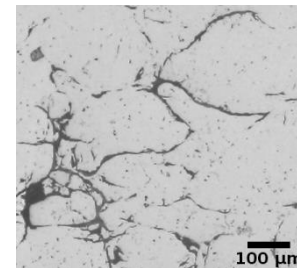


μm

Tomographie X*



Microscopie optique



+

 Plug-in Crackcut
(J. Meynard)

Mesures par imbibition
dans du bromobenzène

mm

■ Principe

- Acquisition d'images de tomographie par absorption de rayons X (laboratoire Navier, Ecole des Ponts Paris) sur un échantillon de l'ordre de $0,7 \text{ mm}^3$

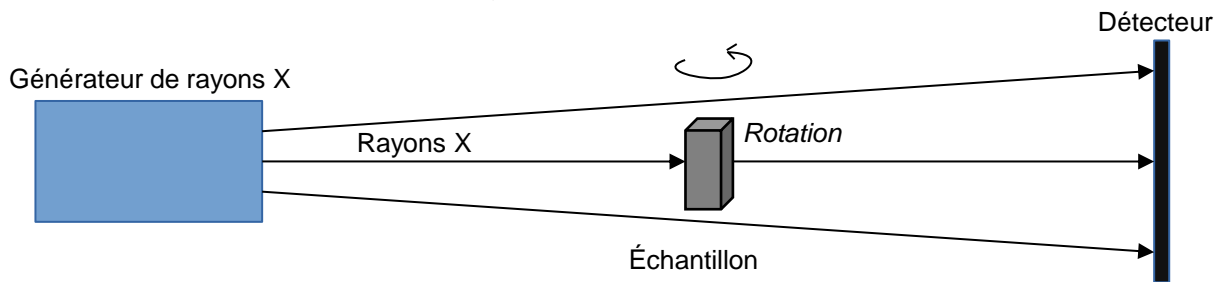
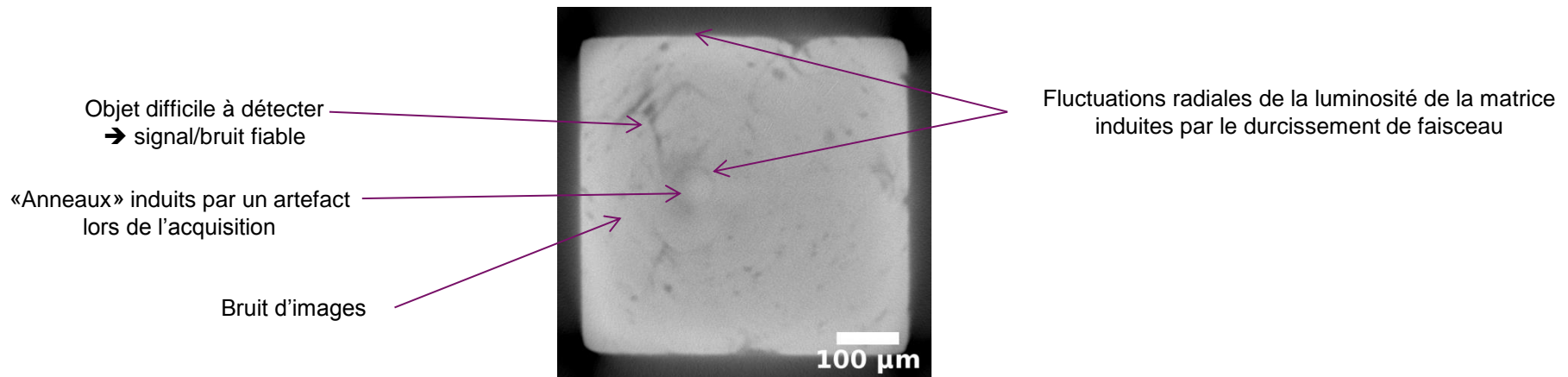
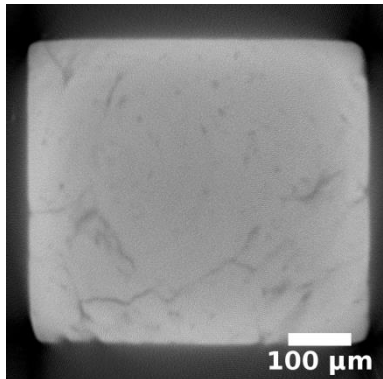


Schéma du banc expérimental



Exemple d'une coupe brute d'un échantillon (résolution spatiale : $0,8 \mu\text{m}/\text{vox}$)

■ Procédure inspirée de celle de (Chen, 2017)*



Exemple d'une coupe brute



Exemple d'une coupe post-traitée

Images brutes

Filtrage hessien des images 2D pour la détection des objets fins

Réduction du bruit d'image par filtre gaussien

Réduction de fluctuations radiales de luminosité par filtre FFT

Binarisation

Élimination des petits objets restants probablement induits par le bruit d'images

Caractérisation uniquement de la partie de l'image non affectée par l'artefact

Images post-traitées

✓ Extraction des porosités observables sur les coupes

✗ Caractérisation d'une seule partie des coupes obtenues du fait de l'artefact obtenu

- Choix de considérer le réseau poreux en deux familles de pores

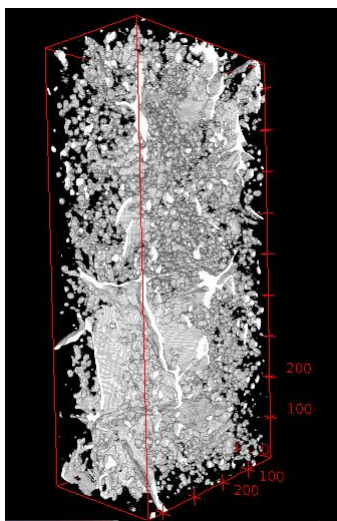
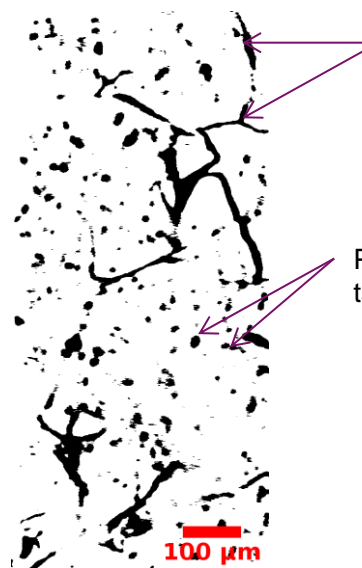


Image reconstruite 3D



Observation d'une coupe



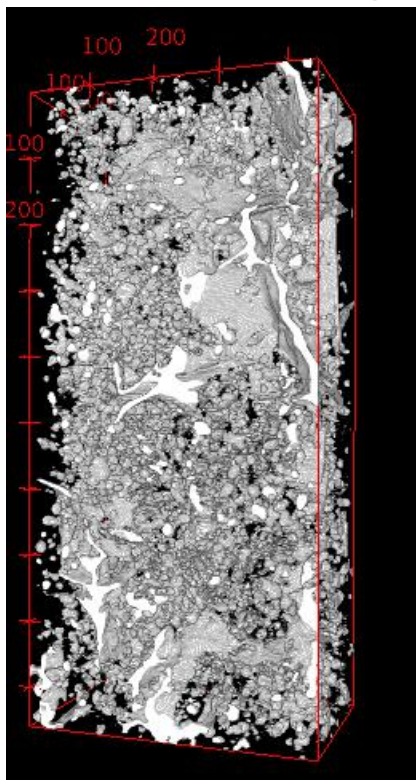
Pores allongés formant un réseau interconnecté généré lors de la fabrication des échantillons = porosité d'assemblage

Pores de forme ellipsoïdale de petite taille = porosité ellipsoïdale

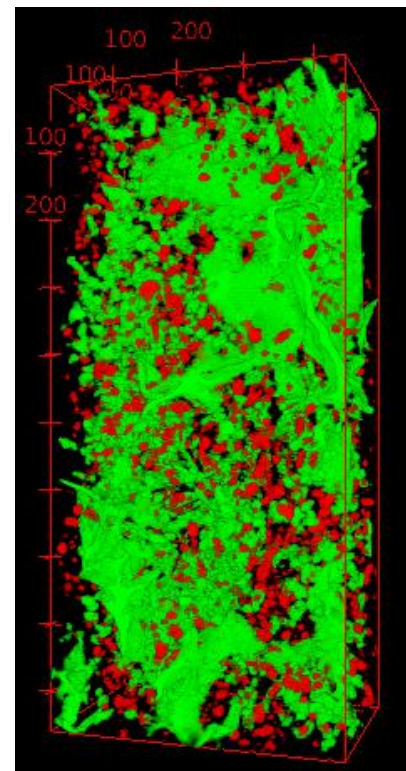
Coupe post-traitée

■ Séparation des deux familles de porosité

- Choix de représenter les pores par des ellipsoïdes
- Séparation en se basant sur le grand-axe des ellipsoïdes (présentation de l'optimum trouvé)
 - Si grand-axe $\leq 40 \mu\text{m}$ \rightarrow porosité ellipsoïdale
 - Sinon \rightarrow porosité d'assemblage



Avant classification



Après classification

■ Séparation des deux familles de porosité

- Choix de représenter les pores par des ellipsoïdes
- Séparation en se basant sur le grand-axe des ellipsoïdes (présentation de l'optimum trouvé)



Ensemble du réseau poreux



Pores ellipsoïdaux



Pores d'assemblage

→ Caractérisation morphologique des deux familles de pores

■ Séparation des deux familles de porosité

- Etude de la morphologie des pores par FFT 2D (méthode inverse)
- Etude des pores ellipsoïdaux (~ 200 objets observés par coupe)



Pores ellipsoïdaux

Conductivité thermique effective selon x (W/m/K)	8,42
Conductivité thermique effective selon y (W/m/K)	8,39

Résultats FFT 2D sur la coupe ci-contre

□ Etude de la forme circulaire des pores ellipsoïdaux

Comparaison avec le modèle « milieu dilué » 2D où les objets étudiés sont des cylindres de coupe circulaire distribués de façon aléatoire dans le matériau* :

$$\lambda_{e,iso} = (1 - 2c_s)\lambda(T)I$$

Où c_s est la fraction surfacique de pores ellipsoïdaux et $\lambda(T)$ la conductivité thermique du matériau 100 % dense

$\lambda_{e,iso} = 8,52$ W/m/K → Ecart FFT 2D/modèle < 2%

Donc, le modèle « milieu dilué » permet une bonne estimation du comportement thermique des pores ellipsoïdaux.

→ Les pores ellipsoïdaux peuvent être approximés en 2D à des cylindres de coupe circulaire et en 3D à des sphères.

- Etude des pores d'assemblage (< 50 objets observés par coupe → insuffisant)
 - Nécessité de caractériser autrement ces porosités
 - Choix de les étudier par microscopie optique

■ Acquisition des images par microscopie optique

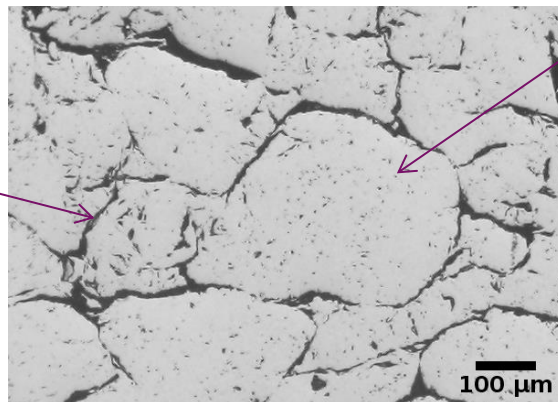
○ Conditions d'acquisition

- Résolution spatiale : $1,52 \mu\text{m}/\text{pix} >$ résolution spatiale tomographie X (0,8)
- Surface étudiée de l'ordre du mm^2

Caractérisation 2D d'une zone plus grande → possibilité d'observer des porosités d'assemblage

○ Résultats brutes obtenues

Porosité d'assemblage

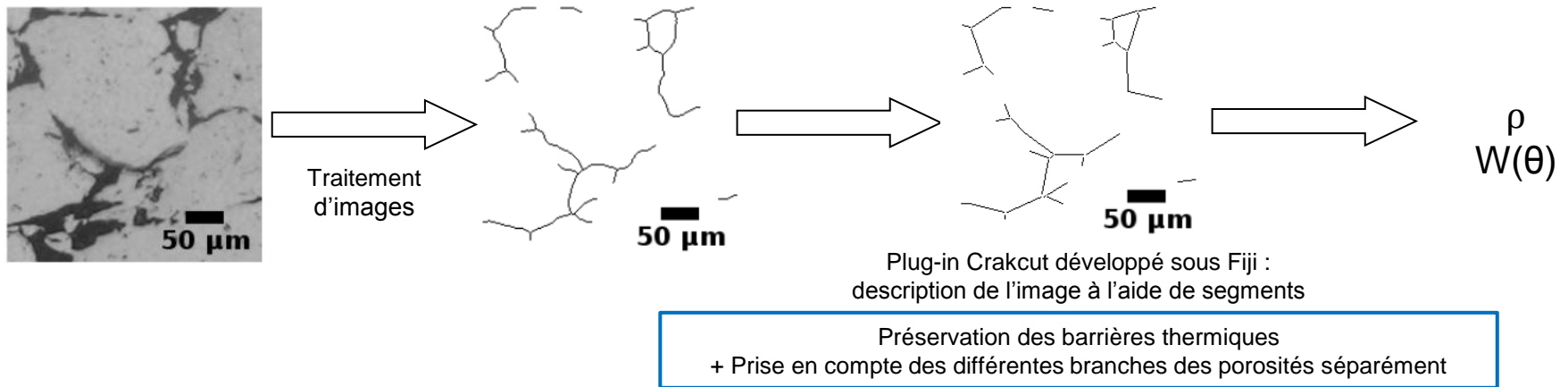


Porosité occluse

Exemple de coupe obtenue (zoom)

■ Caractérisation de la porosité d'assemblage

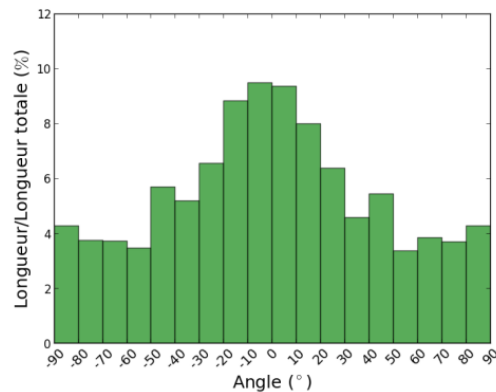
- Etude de la porosité d'assemblage
 - Choix de représenter ces pores par des fissures
 - Paramètre descripteur de la quantité de fissures dans le matériau : densité de fissures ρ
 - Détermination de la fonction de distribution d'orientation $W(\theta)$ et ρ



Principe du traitement d'images réalisé

■ Caractérisation de la porosité d'assemblage

- Etude de la porosité d'assemblage
 - Caractérisation de la fonction de distribution d'orientation $W(\theta)$

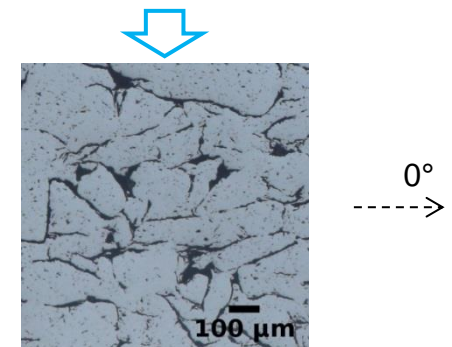


Exemple de $W(\theta)$

Orientation préférentielle des objets autour de 0°

↓

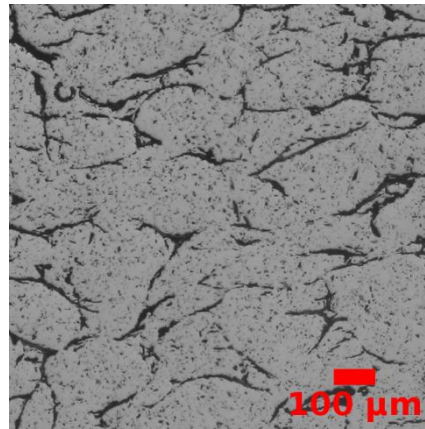
Pressage dans le sens perpendiculaire à 0° lors de la mise en forme →
La microstructure garde l'empreinte des granulats lors de l'étape de mise en forme



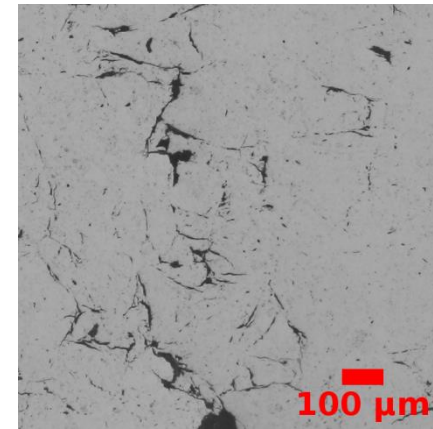
Zoom sur la coupe associée au $W(\theta)$ ci-contre

- Pour tous les échantillons étudiés, moins de 15% de la longueur des objets sont orientés dans la direction préférentielle → Microstructures globalement isotropes
- Fonction de distribution d'orientation ne permet pas de discriminer les microstructures

■ Etude de la porosité d'assemblage



Echantillon A



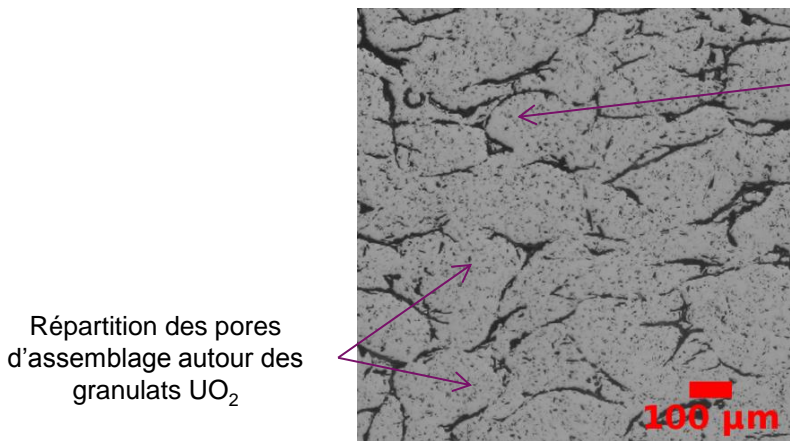
Echantillon B

Porosité (%)	4,5	4,5
Densité de fissures ρ	0,092	0,032

- Discrimination du réseau de porosité d'assemblage à l'aide de la densité de fissures
 - Quid de l'impact des pores d'assemblage sur le comportement thermique des combustibles étudiés?

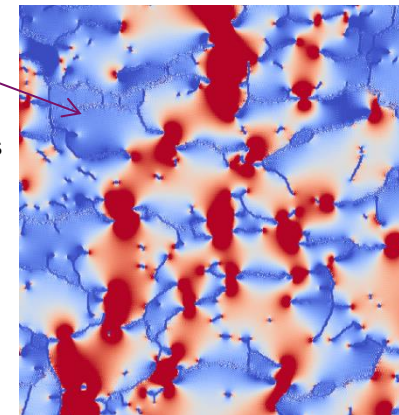
■ Etude de la porosité d'assemblage

- Etude de la répartition spatiale des pores par calculs thermiques FFT (Fast Fourier Transform) 2D avec le solveur TMFFT développé par DEC/SESC



Coupe 2D – échantillon A

Zone « morte » par rapport au transfert de flux du fait de la répartition spécifique des granulats



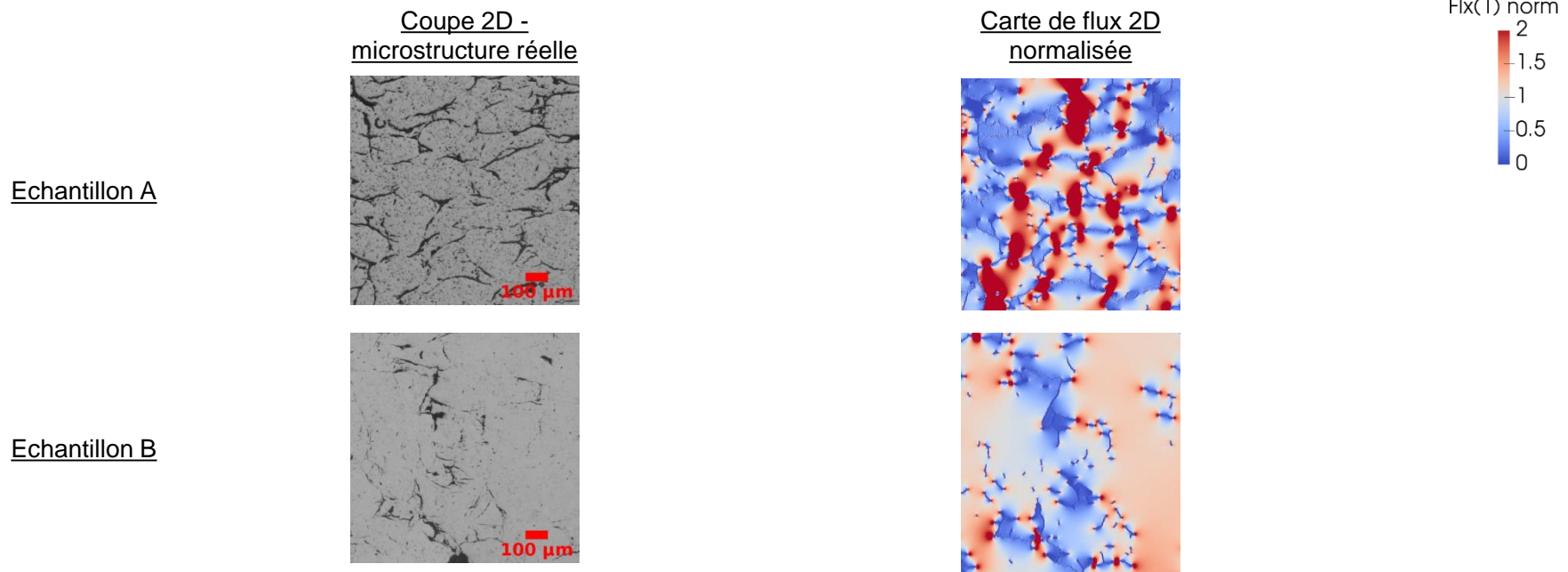
Carte de flux 2D normalisée obtenue par FFT
Microstructure réelle squelettisée

Etude de l'échantillon A

→ Impact fort de la répartition spatiale des pores d'assemblage sur le flux thermique

■ Etude de la porosité d'assemblage

- Etude de la répartition spatiale des pores par calculs thermiques FFT (Fast Fourier Transform) 2D avec le solveur TMFFT développé par DEC/SESC



- Plus il y a de pores d'assemblage, plus il y a de zones mortes et le flux thermique est perturbé.
Répartition spatiale des pores spécifique → « Chemins » du flux thermique spécifiques
→ Caractéristique permettant de discriminer le comportement thermique des combustibles étudiés

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

- Choix de représentation des microstructures des combustibles UO_2
 - Porosité occluse
 - Porosité de forme sphérique
 - Diamètre $\leq 40 \mu\text{m}$
 - Porosité d'assemblage
 - Caractérisée par la densité de fissures (facteur permettant de discriminer les microstructures)
 - Distribution autour des granulats UO_2

- Suite de l'étude
 - Amélioration du critère de séparation des deux familles de pores
 - Etude de l'impact de ces familles de porosités sur la conductivité thermique des combustibles UO_2 étudiés

→ Si l'étude vous intéresse, les autres résultats seront dans le mémoire et la soutenance de thèse de J. Meynard (décembre 2019, CEA Cadarache)

■ Externe CEA

- Laboratoire Navier (Paris) : Patrick Aïmedieu
- INSA Val de Loire : Romain Ménard

■ Interne CEA

- DEC/SA3E/LCU : Maité Bertaux, Xavière Iltis, Andréa Sanchez, Philippe Sornay, Mathias Soulon
- DEC/SA3E/LCPC : Jérôme Lamontage, Thierry Blay, Laurent Fayette, Jean Noirot, Isabelle Zacharie-Aubrun
- DEC/SESC/LSC : Bruno Collard, Antoine Bouloré, Marcelle Ibrahim
- DEC/SESC/LM2C : Etienne Castelier
- DEC/SESC/LEVA : Vincent Bouineau
- DMAT : Denis Rochais

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Cadarache | DEC/SESC bt151 - 13108 Saint-Paul lez Durance
T. +33 (0)4.42.25.23.66 | F. +33 (0)4.42.25.47.47
Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B
775 685 019

Direction de l'énergie nucléaire
Département d'études des
combustibles
Service d'études et de simulation du
comportement des combustibles